

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平5-273110

(43) 公開日 平成5年 (1993) 10月22日

| (51) Int. Cl. <sup>5</sup> | 識別記号 | 庁内整理番号   | F I | 技術表示箇所 |
|----------------------------|------|----------|-----|--------|
| G 0 1 N 15/02              | B    | 2107-2 J |     |        |
| 15/14                      | K    | 2107-2 J |     |        |
| H 0 1 L 21/66              | J    | 8406-4 M |     |        |
| // G 0 1 N 21/47           | Z    | 7370-2 J |     |        |

審査請求 未請求 請求項の数9 (全 13 頁)

(21) 出願番号 特願平4-71593

(22) 出願日 平成4年 (1992) 3月27日

(71) 出願人 000006183

三井金属鉱業株式会社

東京都中央区日本橋室町2丁目1番1号

(72) 発明者 守矢 一男

埼玉県上尾市愛宕2丁目14番13号 407

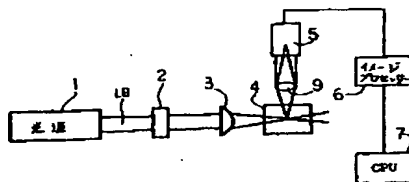
(74) 代理人 弁理士 岡部 正夫 (外5名)

(54) 【発明の名称】 粒子または欠陥の大きさ情報の測定方法および装置

(57) 【要約】

【目的】 粒子の大きさがレーザービームの波長の十分の一程度の大きさのものでも該粒子の大きさ情報を正確に求めることができる方法および装置を提供する。

【構成】 レーザービームを被測定物に照射し、被測定物の粒子による散乱光を撮像素子を用いて受光し、イメージプロセッサによる画像データを基に散乱光の積分強度を求め、この積分強度をから粒子の大きさ情報を求める。



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 レーザビームを被検物体に照射する工程と、該被検物体の粒子または欠陥からの散乱光を受光して画像処理する工程からなる粒子または欠陥の大きさを測定する方法であって、得た画像情報を基に粒子または欠陥からの散乱強度を積算する工程を含むことを特徴とする粒子または欠陥の大きさを測定する方法。

【請求項2】 更に、粒子または欠陥による散乱光の偏光度を測定する工程を含むことを特徴とする粒子または欠陥の大きさを測定する方法。

【請求項3】 レーザビームを被検物体に照射する工程と、該被検物体の粒子または欠陥からの散乱光を受光して画像処理する工程からなる粒子または欠陥の大きさの分布を求める方法であって、粒子または欠陥からの最大散乱強度を検出する工程を含むことを特徴とする粒子または欠陥の大きさの分布を求める方法。

【請求項4】 前記レーザビームはパルス状のレーザビームであり、光学系により該被検物体に線状に照射されることを特徴とする請求項1乃至3に記載の方法。

【請求項5】 被検物体の粒子または欠陥の大きさを測定するための装置であって、レーザビームを発生する光源と、該レーザビームを該被検物体に向け照射するための第一の光学系と、該被検物体の粒子または欠陥からの散乱光を第二の光学系を介して受光するための受光素子と、該受光素子で検出した散乱光を基に散乱像を得るための手段と、散乱強度の積算計算を行ない該粒子または欠陥の大きさを求める手段とからなることを特徴とする装置。

【請求項6】 前記第一の光学系には、該被検物体に照射されるレーザビームを所定の偏光方向とするための偏光板が含まれており、更に、前記第二の光学系には、該被検物体の粒子または欠陥からの散乱光の偏光方向を測定するための検光子が含まれており、更に、偏光度を計算処理する手段が含まれていることを特徴とする請求項5記載の装置。

【請求項7】 被検物体の粒子または欠陥の大きさを測定するための装置であって、レーザビームを発生する光源と、該レーザビームを該被検物体に向け照射するための第一の光学系と、該被検物体の粒子または欠陥からの散乱光を第二の光学系を介して受光するための受光素子と、該受光素子で検出した散乱光を基に散乱像を得るための手段とから成り、該散乱像を得るための手段において粒子または欠陥の最大散乱強度が検出するようにされていることを特徴とする装置。

【請求項8】 前記検出された粒子または欠陥の最大散乱強度を基に該被検物体の粒子または欠陥の大きさ分布を導出する手段を更に含むことを特徴とする請求項7記載の装置。

【請求項9】 前記光源はパルス発生器と接続されており、前記光源からパルス状のレーザビームが射出され、

前記第一の光学系により該被検物体に線状光束が照射されることを特徴とする請求項5乃至8に記載の装置。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は、粒子または結晶内の欠陥により生ずる散乱光を用いて該粒子または欠陥の大きさの情報を得るための方法および装置に関する。

## 【0002】

【従来技術】 従来、結晶内の欠陥分布を測定する方法として、特開平1-151243号公報に開示されているように、被検物内に細く絞ったレーザビームを照射し、該レーザビームによる被検物内の欠陥部分からの散乱光を画像情報として求め、これを処理することにより欠陥の密度分布を求めていた。この方法によれば、例えば図10に示す散乱像を得ることができる。また、液体や空気中に存するゴミの検知については、レーザビームを用いてゴミによる散乱光をパルスカウントするダストカウンタ（レーザ散乱法）がある。また、粒子による光散乱の角度分散を用いて粒径分布を得る方法が知られている。

## 【0003】

【発明が解決しようとする課題】 特開平1-151243号公報に示された方法によれば、図10に示された粒子の大きさに応じた画像を得ることができる。しかし、粒子の大きさが用いるレーザビームの波長の十分の一より小さい場合、画像にハレーションによるぼやけが生じ画像に表わされた大きさをもって粒子の大きさと認識することは出来ない。また、図11に示されているように、用いられる光学系のフォーカスの合わせ方によっても粒子の画像の大きさが異なってしまい、粒子の大きさの正確な情報を得ることは出来ない。また、従来のレーザ散乱法ではその検出限界が0.1 $\mu$ 程度であり、これよりも小さい粒子を検出することはできない。これは、従来の方法では、細かなゴミがレーザビーム内に複数個ある場合には分離できず、検出精度をあげることができないためであった。一方、散乱光強度の角度分散を用いて粒径を求める角度分散法では、粒子の粒径が用いられるビームの波長の十分の一程度になると分散が生じず、粒径を求めることができない。また、散乱光強度の角度分散を用いて粒子の粒径を計測する場合、一般的に粒子の構造やサイズ等がある程度似通った均一の状態での計測を前提としているため、粒子の大きさが数倍から十倍程度にわたって分布している試料を測定するには適していない。これは、散乱強度は粒径の6乗に比例するため、粒子の大きさが広範囲にわたって分布している場合には、小さな粒子は大きな粒子に埋れてしまい検出することができなくなってしまうからである。

【0004】 上述した如く、従来の方法では、用いられるレーザビームの十分の一程度の大きさの粒子または欠陥の大きさ情報を正確に求めることができなかった。

そこで、本発明は、レーザビームを試料に照射して、該試料からの散乱光を用いて粒子または欠陥の大きさ情報を求める方法であって、該試料の欠陥または粒子の大きさが用いられるレーザビームの波長の十分の一程度の大きさであっても欠陥または粒子の正確な大きさ情報を求めることができる方法および装置を提供することを目的とする。更に、本発明は、用いられる光学系のフォーカスの合わせ方に影響されることなく粒子または欠陥の大きさ情報を求めることができる方法または装置を提供することを目的とする。更に、本発明は、測定される粒子または欠陥の大きさが小さいものから大きなものまで広範囲に存する試料であっても、各粒子または欠陥の大きさ情報を求めることができる方法および装置を提供することを目的とする。

【0005】

【課題を解決する手段】上記目的を達成するため、本発明においては、被測定試料にレーザビームを照射して、この照射されたビーム光路と交差する方向に粒子または欠陥により生じる散乱光を受光し、該受光した散乱光の強度を積分処理し、散乱光の積分強度を基に粒子または欠陥の大きさ情報を求める工程または手段を有していることを特徴としている。上述したように、用いる光学系のフォーカスの合わせ方により、画像により観察される粒子の大きさは異なってくるが、散乱光の積分強度は不変と考えられるので散乱光の積分強度を求めこれに基づいて粒子の大きさの情報を求めることにより、フォーカスの合わせ方に左右されず、粒子の大きさの正確な情報を求めることができる。

【0006】また、本発明においては、前記受光した散乱光強度の最大値を求める工程または手段を設けることにより粒子または欠陥の相対的な大きさ情報を求めることが出来る。また、本発明においては、粒子または欠陥による散乱の偏光依存性を測定する工程または手段を設けることにより、粒子または欠陥の大きさ、構造についての情報をより正確に得ることができる。

【0007】

【実施例】以下、図面を参照しつつ、本発明にかかる実施例について説明する。図1は、本発明による欠陥または粒子（以下「粒子」という）の大きさ情報を得るための装置を示している。図1において、符号1はレーザビームLBを放射する光源を示す。放射されたレーザビームは、シリンドリカルレンズ7により平行光束に変換され、更に球状レンズ3により絞られ試料4を線状光束で照射する。本実施例においては線状光束を試料4に照射しているが、照射する光束は線状のものに限らず、通常の集光光束（点状光束）で試料4を照射してもよい。このように試料4に線状光束を入射させることにより、試料内の粒子により散乱が生じ、該試料4に入射した光束の光路と交差する方向における散乱光を光学系9を介して撮像素子5で受光する。これを画像処理装置6で処理

し、粒子の画像を得る。この画像情報を基にCPU7で画像処理し、個々の粒子についての散乱強度の積算計算が以下の方法でなされる。ここで、積算にあたっては、一つの粒子からの散乱は広がりをもっているので、この広がりを定めるため、動径関数を求め、そして、ぼやけの関数 $f(x)$ を求めて、一つの点について所定の半径を定めて散乱強度を積分する。ここで、ぼやけの関数は散乱体の形状に依存するので、例えば、球状の場合は $f(r) = \{\sin(ka) / (ka)\}^2$ 、

10 板状の場合は、

$$f(r) = \{3(ka)^3 \times [\sin(ka) - (ka)\sin(ka)]\}^2$$

と表わすことができる。これは、光の回折の計算式による。一方、散乱強度は粒子の直径の6乗に比例するので、散乱光の積分強度を基に個々の粒子の大きさの情報を得ることができる。上述した散乱光の積分強度の積算計算および粒子の大きさ情報の計算はCPU7で行なわれる。

【0008】具体的には、散乱強度分布の積算は以下のように行なわれる。散乱積算強度 $I$ は以下のように表わされる。

$$I = \int I_r f(r) 2\pi r dr = 2\pi \int I_r f(r) dr$$

ここで、 $I_r$ は最大散乱強度、 $r$ は動径である。一方、イメージプロセッサ6から出力された画像データを図2に示すように①から④に示すサーチを行ない、後述する方法で最大散乱強度を求め、図13に示したように、ピーク点（最大散乱強度）の周りの第一近接画素、第二近接画素…第 $n$ 近接画素等各画素の散乱強度を求め、これを散乱強度と散乱体中心からの距離との関係においてプロットすると、ある粒子における散乱強度分布は図14のAで示した分布関数が得られる。尚、図14においては、上述したぼやけ関数をもとに、板状散乱体による散乱強度分布Bおよび球状散乱体による散乱強度分布Cも示されている。これらの分布関数から分布関数 $f$

30  $(r)$ をガウス分布Dで近似できることがわかる。従って、 $f(r) = \exp(-ar^2)$ と近似すると $\int 2\pi r f(r) dr = \pi/a$ となるので $I = (\pi/a) I_r$ のように表わすことができる。また、散乱強度分布は図15のように表わされ、この図に示すように、半値幅 $1/\sqrt{a}$ は $f(r)$ が $1/e$ になる半径であるので、散乱強度の最大となる画素からの散乱強度の動径分布を求め、それが $1/e$ となる距離を求め、この値の二乗を散乱強度のピーク強度に乘ずれば、定常的に正確な積分強度を得ることができる。尚、上記説明から $1/\sqrt{a}$ は一意的に定めることができるが、この値は用いられる光学系のフォーカシングの状態等により異なるので、いくつかの画素について散乱強度を求め、これにより分布関数を求め $f(r)$ が $1/e$ になる半径 $1/\sqrt{a}$ を求めるようにしてもよい。

【0009】次に、液体や気体中の動いている粒子の大きさ情報を求める場合の実施例について図12を用いて説明する。図12において、符号1はパルスレーザを放射する光源を示し、該光源はCPU7からの指令を受領したパルス発生器8による信号によりパルスレーザビームLBを放射する。このときのパルス幅(時間)は、粒子の最大速度( $V_{max}$ )とパルス幅の積が計測の空間分解能より十分短くなるようにする。ここで、粒子の速度をV、パルス幅を $\tau$ とし、粒子の最大速度 $V_{max}$ を $10^4 \mu\text{sec}$ とすれば、パルス幅 $\tau$ は $10^{-4}$ 乃至 $10^{-5}\text{sec}$ でよい。また、パルスレーザの発生と散乱画像の取り込みを同期させる必要がある。すなわち、パルス発生後に散乱画像を取り込むように、CPU7によりコントロールされている。このようなパルス状のレーザビームをシリンドリカルレンズ2で平行光束とし、球状レンズ3で線状光束として液体や気体のセルに入射させる。そして、入射光路と交差する方向の散乱光を光学系9を介して撮像素子5で受光し、静止画像を得て、この静止画像を基に、上述したように散乱積分強度を求め、粒子の大きさ情報、粒径分布を求めることができる。

【0010】次に、散乱強度の最大値を求め、この値から粒子の相対的な大きさ情報を求める方法について説明する。図1に示した装置において、撮像素子5を用いて得た散乱画像をイメージプロセッサ6により、例えば図2に示すように、各画素の周りの8画素をいれて、

$$I = \{ i(r) dr = I, \int f(r) dr = KI, \dots (2)$$

ここで、Kは比例定数である。従って、散乱強度のピーク位置での散乱強度 $I_r$ を検出することにより、積分散乱強度を求めることができる。また、粒径が、使用するレーザビームの波長に比べ十分小さい場合には、積分散乱強度は粒径の六乗に比例するので、積分散乱強度は以下のように表わすことができる。

$$I = KI_r = c d^6 \dots (3)$$

ここでcは比例定数である。(3)式から、最大散乱強度 $I_r$ の六乗根を計算すれば、粒子の相対的直径を求めることができる。

$$\begin{aligned} A(i-1, j-1) &\leq A(i, j) \geq A(i+1, j+1) \\ A(i-1, j) &\leq A(i, j) \geq A(i+1, j+1) \\ A(i-1, j+1) &\leq A(i, j) \geq A(i+1, j-1) \\ A(i, j+1) &\leq A(i, j) \geq A(i, j-1) \end{aligned}$$

上記条件を満たす点(i, j)を求め、その点における散乱強度を最大散乱強度 $I_r$ としてCPUにおいて導出することができる。または、イメージプロセッサ内で上述したように最大散乱強度を求めてもよい。また、散乱強度の分布関数は、使用する光学系のフォーカスの合わせ方等により変わってくるので、散乱強度の最大値を示すピーク位置からの散乱強度の分布関数をいくつかの粒子についてサンプリングすることにより求めて、補正しても良い。

【0013】次に、本発明についての更なる実施例につ

矢印で示した4方向について散乱強度の最大値を求めるべくサーチを行なう。これを全ての画素について行なう。図3の散乱像(黒い部分が欠陥を示している)について、上述した方法により各欠陥についての散乱強度のピーク位置での値(最大散乱強度)を求めグラフ化すると図4のようになる。図4について、横軸は各欠陥の中心(散乱強度ピーク位置)での散乱強度を示し、縦軸は個数を示している。図4より、図3に示された複数の欠陥の中でその欠陥の中心強度が50前後のものが多く存在していることが分かる。

【0011】図5は、欠陥の中心強度が異なるいくつかの欠陥の動径方向の散乱光強度分布について、それぞれの欠陥の中心での散乱強度を100%として規格化して分布をプロットしたものである。このグラフから、例えば、欠陥の中心強度が50であろうと100であろうと欠陥の中心から動径方向の散乱強度分布はほぼ同じ形態を取っていると把握できるので、各々の欠陥の最大散乱強度を求めることにより欠陥の大きさ情報を求めることができる。すなわち、各欠陥の積分散乱強度 $I$ は、動径

をベクトル $r$ 、各画素の散乱強度を $i$ とすれば、以下の如く表わすことができる。

$$I = \int i(r) dr \dots (1)$$

一方、散乱強度の分布関数 $f(r)$ は、散乱強度のピーク位置での散乱強度 $I_r$ に依存しないため、積分散乱強度は以下のように表わすことができる。

【0012】本発明における実施例においては、上述した計算を図1に示した装置のCPU7で演算処理を行なうこととしている。具体的に最大散乱強度を求めるには以下の手順に従えばよい。イメージプロセッサ6から出力される画像データにおいて、散乱像の各画素の散乱強度を基に最大散乱強度を求める。例えば、図16に示すように、 $A(i, j)$ が散乱強度のピークとなるためには、その周辺の画素の散乱強度との関係で次の条件を満たせばよい。

図6を用いて説明する。図6に示されている装置は、球状レンズ3の手前に偏光板20が配置されており、この偏光板20によりレーザビームの偏光方向を所定の方向に特定し、試料4に入射させている。なお、図1に示した装置と同一要素に関しては同一の符号が付されており、その説明を省略する。更に、光学系9の後方には検光子21が配置されており、粒子の散乱による偏光の度合いを測定できるような構成とされている。すなわち、図7に示した座標を元にx, yおよびz方向を定めると、例えば、 $I(y, x)$ ,  $I(y, y)$ ,  $I$

"(z, x), I(z, y)等を測定することにより、粒子(散乱体)の組成やサイズを求めることができる。なお、I(y, x)は、入射光がy方向、散乱光がx方向に偏光しているときの散乱強度を示している。例えば、散乱体が金コロイドの場合は、金コロイドの散乱の粒径依存度はG. Mie, Ann. d. Physik (4) 25 (1908) 377により、図9のように表わされるので、偏光度Pや $I_1/I_2$ を計測することにより、一意的に粒径を求めることができる。ここで、 $I_1$ は入射光および散乱光共にxz平面に平行に偏光している場合の散乱強度を示し、 $I_2$ は、入射光および散乱光が共にy方向に偏光している場合の散乱強度を示している。また、偏光度Pは以下のように表わされる。

$$P = (I_2 - I_1) / (I_2 + I_1)$$

【0014】図9は、散乱強度の角度分散を示したもので、散乱体の粒径によって、散乱の角度分散が異なることを示している。例えば、90度散乱の偏光度Pについて着目してみると、直径160nmの粒子では、偏光度Pは、60%なのに対し、直径180nmの粒子の場合は、偏光度Pは30%となる。

【0015】本実施例においては、偏光度PはCPU7で計算される。具体的には以下の手順によればよい。 $I_1$ は入射光および散乱光共にxz平面に平行に偏光している場合の散乱強度であるから、図6の装置において、偏光素子20および21を $I_1$ が得られるようにセットする。また、 $I_2$ は入射光および散乱光が共にy方向に偏光している場合の散乱強度であるから、図6の装置において $I_2$ を求めることができるように偏光素子20および21をセットする。そして、イメージプロセッサ6により得られた画像データから、上述した方法でそれぞれの偏光方向における最大散乱強度を $I_1$ および $I_2$ として求めることができる。このようにして得られた $I_1$ および $I_2$ を基に偏光度Pを求めることができる。そして、この偏光度Pを基に、粒子の大きさ情報を求めることができる。尚、図17に示すように、一つの粒子においても $I_1$ と $I_2$ のピーク点がずれる可能性もあるが、この場合には散乱像のぼやけの程度の範囲( $2/\sqrt{a}$ )で対応するピーク点を求める。例えば、図17においては、散乱強度 $I_1$ のピーク点はA点となっているが、散乱強度 $I_2$ のピーク点はこの点にはなくずれている。この場合、A'点とB'点がピーク点となっているが、B'点は散乱強度 $I_1$ のぼやけの範囲( $2/\sqrt{a}$ )からはずれているので、A'点がA点对応する散乱強度 $I_1$ であるとして、偏光度Pを求めることができる。

【0016】本発明によれば、レーザビーム径よりも小さい粒子についても個々に大きさ情報を求めることができる。結晶内での析出物は結晶の硬さ等物性に重要な影響を与えている。従って、粒径や析出物の構造、更に、密度をコントロールすることにより所望の結晶を得ることができる。一方、このような析出物は結晶の育成条件

や、熱処理状態により異なる。そこで、本発明に従って得られた粒子や析出物の大きさ情報を基に、結晶の育成条件や熱処理条件を決定することにより、所望の結晶を得ることができる。

#### 【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の実施例にかかる装置の構成を示したものである。

【図2】本発明の実施例にかかる装置において、散乱画像における各画素の周りの8画素を入れて矢印で示した4方向でサーチしてピークを求める方法についての説明図である。

【図3】画像処理された欠陥の散乱像を表わしている。

【図4】図3に示された散乱像の各欠陥の散乱中心での散乱強度を横軸に、個数を縦軸に示したグラフである。

【図5】欠陥の中心での散乱強度を1としてそれぞれの動径方向の散乱強度を規格化して、散乱強度の動径方向の分布を示したグラフである。ここで、縦軸は規格化された散乱強度を示し、横軸は散乱体中心からの距離を示し、表わされた数値の単位は画素であり、一画素は0.4μmとなっている。

【図6】本発明の他の実施例にかかる装置の構成図である。

【図7】散乱体による偏光方向の座標を表わした図である。

【図8】金コロイドの粒径と偏光率Pおよび $I_1/I_2$ との関係を示したグラフであり、横軸は粒径を示し、縦軸は偏光率Pを示している。

【図9】aは所定のサイズの粒径における散乱の角度依存性を示した図であり、非常に小さな粒子についての角度分散と偏光率Pの角度分散を表わしたものである。bは所定のサイズの粒径における散乱の角度依存性を示した図であり、直径160nmの粒子についての角度分散と偏光率Pの角度分散を表わしたものである。cは所定のサイズの粒径における散乱の角度依存性を示した図であり、直径180nmの粒子についての角度分散と偏光率Pの角度分散を表わしたものである。

【図10】レーザ散乱法による粒子からの散乱像を模式的に表わした図である。

【図11】aは散乱強度分布を示したものであり、装置の光学系がデフォーカス(焦点が合っていない)の場合の散乱強度分布を示している。bは散乱強度分布を示したものであり、装置の光学系がジャストフォーカス(焦点が合っている)の場合の散乱強度分布を示している。

【図12】本発明の更なる実施例についての装置の構成図である。

【図13】イメージプロセッサ6からの画像データから、最大散乱強度を求める手順を示す説明図であり、図中ピーク点とあるのは最大散乱強度を示す画素であり、その隣接画素にたいして順に数値が付されている。

【図14】散乱強度と散乱体の中心からの距離との関係

をプロットした図であり、Aはある散乱体から得られた分布関数を示し、BおよびCはそれぞれ理論上における板状散乱体および球状散乱体の分布関数を示し、Dはガウス分布関数を示している。

【図15】近似化された散乱強度分布図を示している。

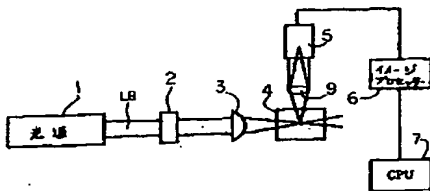
【図16】イメージプロセッサからの画像データを基に、最大散乱強度を示すピーク点を求めるための説明図であり、格子状に区分けされた部分は画素を示し、Aは散乱強度を示し、カッコ内の文字は画素の座標位置を示している。

【図17】散乱強度  $I_1$  のピーク点と散乱強度  $I_2$  のピーク点がずれている場合を示す図であり、縦軸方向は散乱強度を示し、横軸方向は動径 ( $r$ ) を示している。

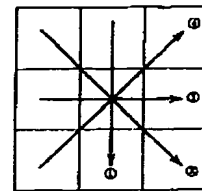
# 【符合の説明】

- 1…光源
- 2…シリンドリカルレンズ
- 3…球状レンズ
- 4…試料
- 5…撮像素子
- 6…イメージプロセッサ
- 7…CPU
- 8…パルス発生器
- 9…光学系
- 20…偏光板
- 21…検光子

【図1】



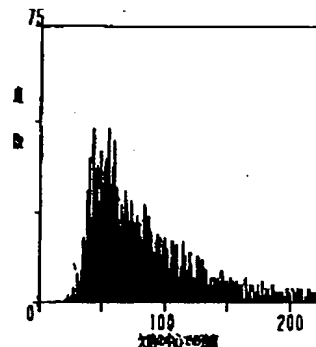
【図2】



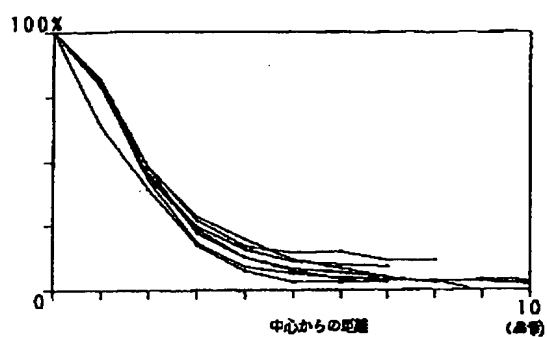
【図3】



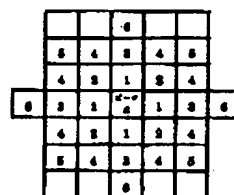
【図4】



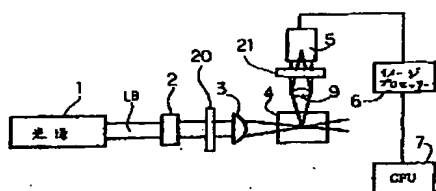
【図5】



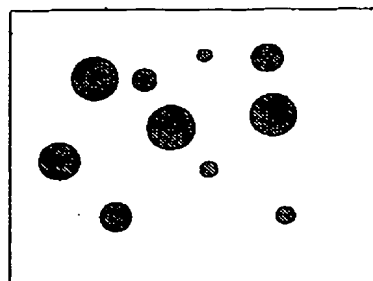
【図13】



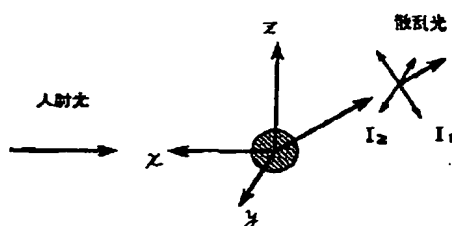
【図6】



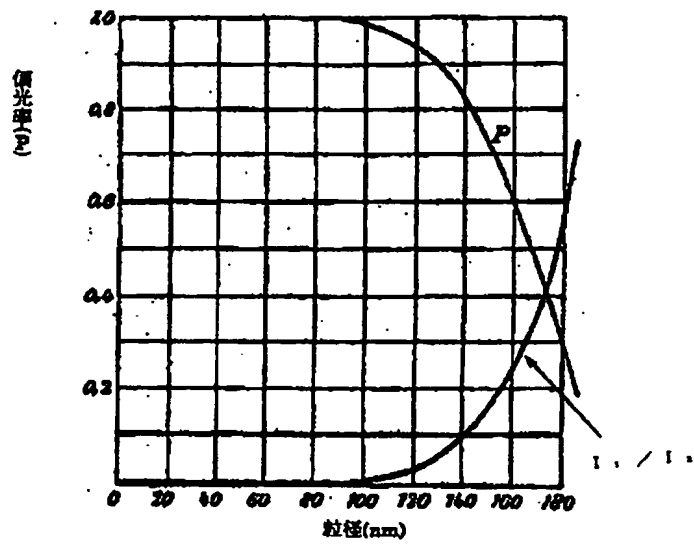
【図10】



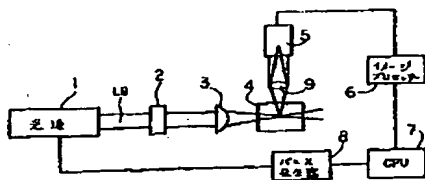
【図7】



【図8】

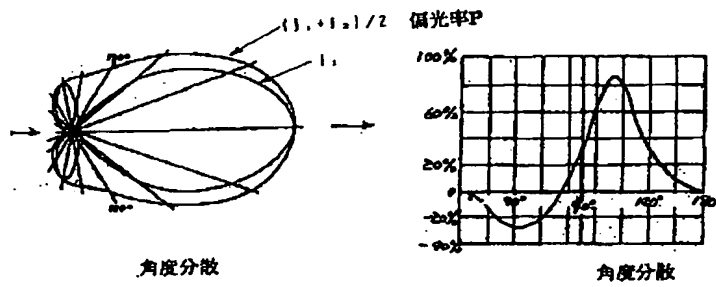
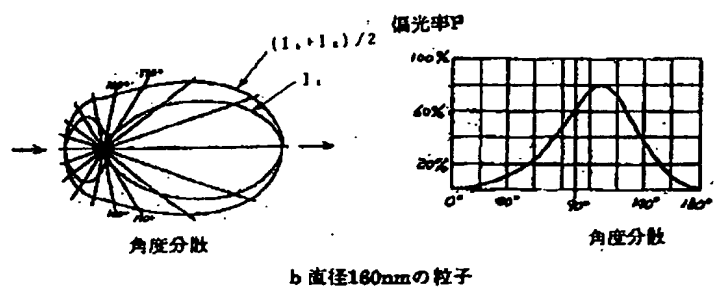
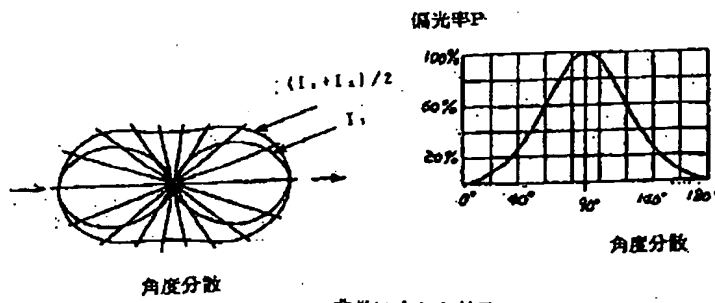


【図12】

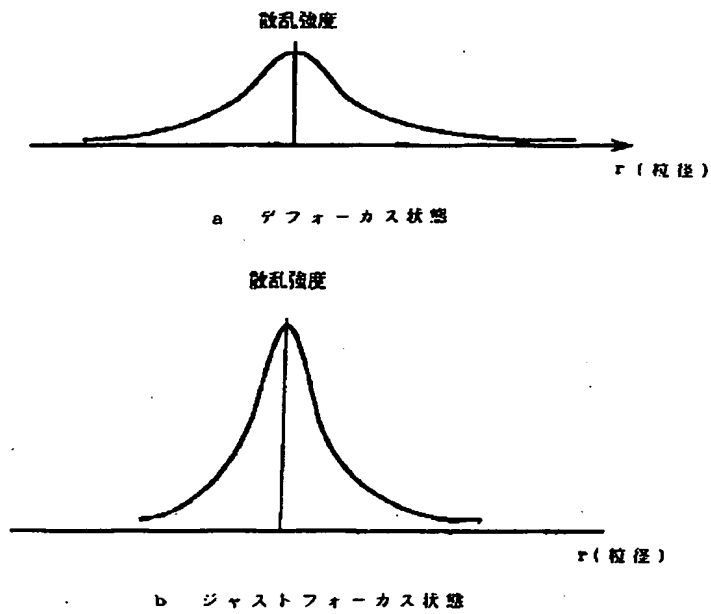




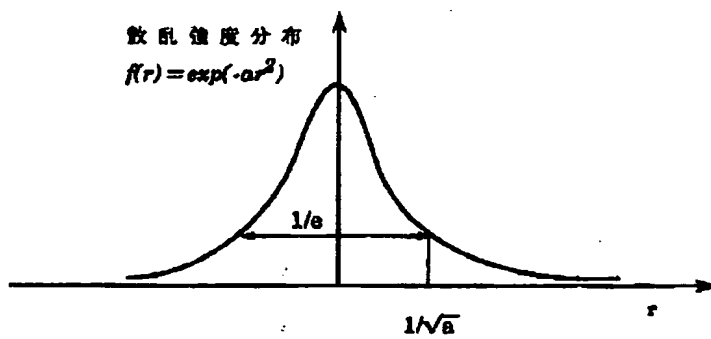
【図9】



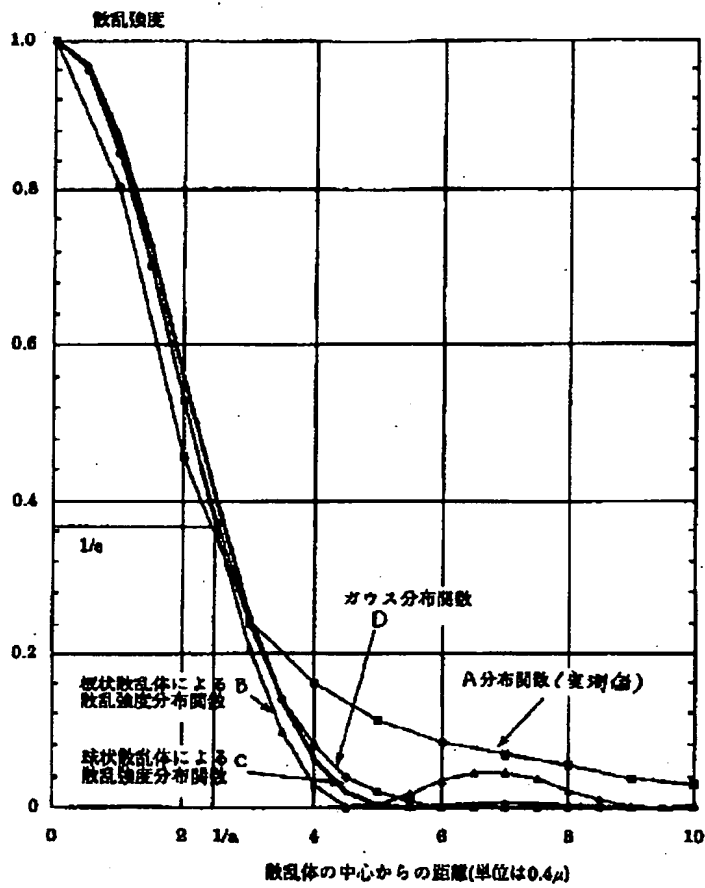
【図11】



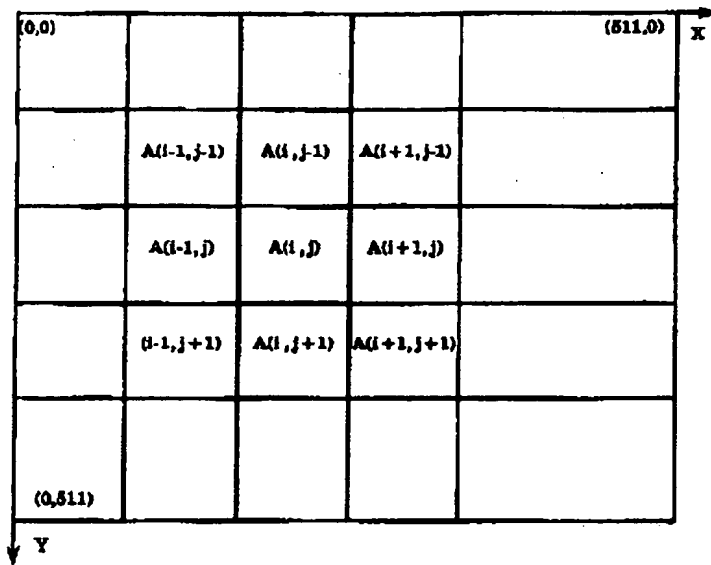
【図15】



【図14】



【図16】



【図17】

